

1 **1AP20 Rec'd PCT/PTO v 2 MAR 2006**

**Ruß, Verfahren zur Herstellung von Ruß oder anderen Flammenaerosolen und Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens**

Die Erfindung betrifft Ruß, ein Verfahren zur Herstellung  
5 von Ruß oder anderen Flammenaerosolen sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

Mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens soll Ruß in Form  
von Aerosolen mit reproduzierbaren und einstellbaren  
10 Eigenschaften erzeugt werden. Derartige Eigenschaften sind die Ruß-Konzentration und die Partikelgrößenverteilung, der Agglomerationszustand und die chemische Zusammensetzung.  
Derartige Aerosole werden benötigt, um z. B. Filter,  
Elektroabscheider oder Katalysatoren hinsichtlich der  
15 Rußabscheidung zu testen. Weiterhin können die so gewonnenen Aerosole abgeschieden werden, um z. B. Pigmente oder Füllstoffe zu erzeugen.

Das Verfahren ist auch geeignet, um andere, in Flammen  
20 erzeugbare Aerosole wie z. B. SiO<sub>2</sub> oder TiO<sub>2</sub> mit besonderen Eigenschaften zu erzeugen.

Aus der Literatur sind bislang 2 Verfahren zur Erzeugung  
von Test-Aerosolen aus Ruß bekannt geworden.

25 Beim Lichtbogen-Verfahren (C. Helsper, W. Mölter, G. Wenninger: Investigation of a New Aerosol Generator for the Production of Carbon Aggregate Particles. Atmospheric Environment, Vol. 27A (1993), pp 1271 - 1275) wird zwischen  
30 zwei Kohlenstoff-Elektroden, die sich in Argongas befinden, in kurzen Zeitabständen ein Lichtbogen gezündet. Dabei wird eine geringe Menge des Elektrodenmaterials verdampft, das

im Argon-Strom zu feinen Rußteilchen kondensiert, die mit dem Argonstrom ausgetragen werden. Das Verfahren hat zwei Nachteile: Erstens besteht der erzeugte Ruß ausschließlich aus Kohlenstoff, während reale Ruße stets Anteile von Kohlenwasserstoffen und Sauerstoff enthalten, die die Eigenschaften in sehr starkem Maße beeinflussen. Zweitens können mit diesem Verfahren nur sehr geringe Mengen an Aerosol erzeugt werden, die für die obengenannten Anwendungen meist nicht ausreichen.

10

Beim Löschgas-Verfahren (L. Jing: Neuer Russgenerator für Verbrennungsrußteilchen zur Kalibrierung von Partikelmessgeräten. OFMETInfo Vol. 7 (2000), no. 2, pp 8 - 12) wird eine Diffusionsflamme durch Zuführen einer großen Menge an Löschgas (z.B. Stickstoff) abgekühlt und zum Erlöschen gebracht. Bei diesem Verfahren können zwar Ruße mit realistischer chemischer Zusammensetzung erzeugt werden. Problematisch ist der sehr hohe Verbrauch an Löschgas, was erhebliche Kosten verursacht. Daher ist auch dieser Typ vom Rußaerosol-Generator bisher nur für sehr geringe Mengenströme realisiert worden.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren bereitzustellen, durch das große Mengen von Rußaerosol kostengünstig und mit geringem Aufwand bereitgestellt werden können.

Eine weitere Aufgabe der Erfindung ist es, einen Ruß zur Verfügung zu stellen, der eine stabile Dispersion bilden kann und gleichzeitig eine hohe Reinheit aufweist.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren mit dem Merkmal des Anspruchs 1 gelöst. Dieses Verfahren besteht aus einer Kombination folgender Schritte:

5        a) Entzug der Wärme aus der Flamme durch Wärmeleitung und/oder  
            -strahlung, wobei die Wärme an eine feste, kalte Oberfläche oder eine Flüssigkeitsoberfläche abgegeben wird,

10      b) Ausbildung einer dünnen Gasgrenzschicht, beispielsweise aus Luft, zwischen der Flamme und der kühlenden Oberfläche, um die Ablagerung von Aerosolteilchen auf der Oberfläche zu verhindern,

15      c) Beschleunigung bzw. Dehnung der von der Flamme und der Grenzschicht gebildeten Strömung, um die Strömung laminar zu halten und eine möglichst dünne Grenzschicht zu erreichen,

20      d) Ableitung des gebildeten Aerosols aus der Nähe der kalten Oberfläche und

            e) Reinigung der kühlenden Oberfläche.

25      Das Verfahren basiert auf dem aus der industriellen Fußherstellung bekannten Gasruß- oder Channelverfahren, das derart abgewandelt wird, dass der Fuß überwiegend als Aerosol anfällt. Beim Gasruß- oder Channelverfahren wird  
30      eine Diffusionsflamme gegen eine kalte Metalloberfläche gerichtet, wobei sich der Fuß direkt aus der Flamme an der kalten Oberfläche abscheidet und später von der Oberfläche abgeschabt wird.

Auch bei der vorliegenden Erfindung wird eine kalte Oberfläche genutzt, um der Flamme möglichst viel Wärme zu entziehen. Gleichzeitig wird jedoch verhindert, dass sich  
5 der Ruß auf der kalten Oberfläche absetzen kann. Dieses geschieht erfindungsgemäß, indem zwischen der Flamme und der kalten Oberfläche eine dünne Grenzschicht von partikelfreiem Gas eingefügt wird. Aufgrund der sehr hohen Wärmeableitung durch die Oberfläche ist es möglich, ein  
10 sauerstoffhaltiges Gas, wie beispielsweise Luft für die Erzeugung der Grenzschicht zu verwenden. Es kann aber auch ein sauerstofffreies Gas (z. B. N<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>) zugeführt werden, oder es kann eine sauerstoffarme Grenzschicht erzeugt werden, indem ein dünner, auf der kühlenden Oberfläche  
15 befindlicher Wasserfilm direkt durch die Hitze der Flamme verdampft wird.

Als kalte Oberfläche kann vorteilhaft ein ausreichend dickwandiger Körper aus Metall oder einem anderen  
20 hochwärmefähigen Material eingesetzt werden. Zusätzlich kann die Oberfläche von der Rückseite durch Wasser oder Luft gekühlt werden. Als kalte Oberfläche kann aber auch ein strömender Flüssigkeitsfilm eingesetzt werden, der die aus der Flamme abzuführende Wärme durch Konvektion und  
25 durch Verdampfung abführen kann. Bevorzugte Ausgestaltungen des Verfahrens ergeben sich aus den sich an den Anspruch 1 anschließenden Unteransprüchen 2 bis 12.

Die eingangs gestellte Aufgabe wird auch durch eine  
30 Vorrichtung zur Durchführung des vorgenannten erfindungsgemäßen Verfahrens gelöst, bei der neben einer Flamme-Erzeugungseinrichtung und einer kühlenden Oberfläche, gegen die die erzeugte Flamme richtbar ist,

eine Einrichtung zur Erzeugung einer gasförmigen Grenzschicht zwischen Oberfläche und Flamme vorhanden ist. Bevorzugte Ausgestaltungen der erfindungsgemäßen Vorrichtung ergeben sich aus den sich an den Anspruch 13 5 anschließenden Unteransprüchen 14 bis 20.

Weitere Einzelheiten und Vorteile der Erfindung werden anhand von in der Zeichnung dargestellten Unteransprüchen näher erläutert. Es zeigen:

10

Fig. 1: schematisch mehrere Ausführungsbeispiele der erfindungsgemäßen Vorrichtung und

15 Fig. 2-8 weitere schematische Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Vorrichtung.

Wie in Fig. 1 anhand unterschiedlicher Konfigurationen gezeigt, wird eine Flamme 10 gegen eine kühlende Oberfläche 1 gerichtet, wobei zwischen der Flamme 10 und der kühlenden 20 Oberfläche eine Grenzschicht 5 erzeugt wird. Entsprechend der Fig. 1a wird zur Erzeugung der Grenzschicht die kühlende Oberfläche senkrecht zur Achse der Flamme 10 in Pfeilrichtung bewegt. In Fig. 1b wird die kühlende Oberfläche 1 schräg zur Achse der Flamme 10 bewegt.

25

Wie aus Fig. 1c ersichtlich, kann zusätzlich ein verstellbares Leitblech 15 vorgesehen sein, dass eine Einstellung der Grenzschichtdicke erlaubt und verhindert, dass die Flamme durch Turbulenzen gestört wird. Eine 30 weitere Variante entsprechend der Fig. 1c sieht vor, dass das Leitblech 15 mit einer Zuführung 16 für ein Gas versehen ist, um die Grenzschicht mit einem gewünschten speziellen Gas, beispielsweise N<sub>2</sub>, anzureichern.

Alternativ oder zusätzlich kann ein Film von Wasser oder einer anderen leicht verdampfbaren, nicht brennbaren Flüssigkeit auf die kühlende Oberfläche aufgetragen werden,

5 um die Kühlwirkung zu verbessern und zugleich bei der Berührung der heißen Flammengase mit der Oberfläche eine flammenkühlend wirkende Dampf-Grenzschicht zu entwickeln. Der Flüssigkeitsfilm kann in bekannter Weise, z. B. durch Aufsprühen der Flüssigkeit, durch Eintauchen der Oberfläche 10 in ein Bad, durch Auftragswalzen etc. erzeugt werden. Dabei kann es vorteilhaft sein, die Oberfläche aufzurauen und mit einer dünnen Schicht eines saugfähigen Materials zu beschichten.

15 Weitere Wege zur Erzeugung einer geeigneten Grenzschicht bestehen darin, dass die kühlende Oberfläche durch eine strömende, verdampfbare Flüssigkeit gebildet wird, oder aus einem porösen Material, z. B. Sintermaterial besteht, aus dem ein Gas oder eine verdampfbare Flüssigkeit austritt.

20 Eine Störung der Grenzschicht durch Turbulenzen kann besonders wirksam vermieden werden, wenn die Aerosolerzeugung in einer beschleunigten Strömung stattfindet. Hierzu kann, wie in Fig. 2 gezeigt, ein 25 Strömungskanal zwischen zwei kühlenden Oberflächen 1 gebildet werden, wobei die zu kühlende Flamme 10 und die umgebenden Grenzschichten 5 im konvergenten Teil 12 eines Kanals bis hin zur engsten Stelle trotz hoher Strömungsgeschwindigkeiten in einem laminaren

30 Strömungszustand gehalten werden können. Auch in einer konvergenten Düse mit einer kühlenden Oberfläche kann diese Wirkung erzielt werden. In der in Fig. 2 dargestellten Ausführungsvariante der Erfahrung wird die kühlende

Oberfläche in Form eines Wasserfilms 2 bereitgestellt. Durch die abwärts gerichtete und beschleunigte Strömung der Flamme 10 und der Verbrennungsgase wird die Entstehung von Turbulenzen und somit die unerwünschte Vermischung des entstehenden Rußaerosols 11 mit dem Gas oder Dampf in der Grenzschicht weitgehend vermieden.

Trotz der Grenzschicht ist es möglich, dass ein geringer Teil des erzeugten Rußes auf der kühlenden Oberfläche abgeschieden wird. Daher kann es vorgesehen sein, die kühlende Oberfläche an einem Schaber, einer Bürste, einer Pressluftdüse, einem Flüssigkeitsbad oder einer anderen geeigneten Vorrichtung vorbeizuführen, um die Oberfläche sauber zu halten.

Bei der Erzeugung von Ruß besteht die besondere Schwierigkeit, dass sich ein erheblicher Teil des Aerosols in direkter Nähe zur kühlenden Oberfläche befindet. Durch die Bewegung der kühlenden Oberfläche oder durch Turbulenzen der Strömung kann dieser Teil des Aerosols unkontrolliert verteilt oder auf der Oberfläche abgeschieden werden. Um das Rußaerosol aber möglichst direkt und verlustarm abzuführen, ist es in einer Ausführungsvariante gemäß Abbildung 3 vorgesehen, das oberflächennahe Aerosol direkt nach seiner Erzeugung durch ein Leitblech 20 von der kühlenden Oberfläche abzustreifen und zu sammeln. Alternativ oder zusätzlich kann durch eine hier nicht näher dargestellte Düse eine Gasströmung zugeführt werden, die das Aerosol von der kühlenden Oberfläche ablöst.

In Fig. 4 ist eine Anordnung gezeigt, bei der die kühlende Oberfläche durch eine um eine horizontale Achse 3

rotierende Metallplatte 4 realisiert ist. Zur Kühlung und zur Beschichtung mit einem Flüssigkeitsfilm kann die Metallplatte 4 in ein Wasserbad 6 eintauchen. Im oberen Teil werden eine oder mehrere Flammen 10 von einer oder von 5 beiden Seiten auf die Metallplatte 4 gerichtet. Zusätzlich sind Leitbleche 15 zur Einstellung der Grenzschicht sowie ein Leitblech 20 zum Sammeln des Aerosols vorgesehen. Die Metallplatte kann durch einen Schaber oder eine Bürste (hier nicht dargestellt), durch einen Gasstrahl oder durch 10 Beschallung mit Ultraschall während des Durchgangs durch das Wasserbad gereinigt werden.

Die in Fig. 4 gezeigte Vorrichtung ist vor allem geeignet, um den Ruß durch die Verbrennung von Gasen oder verdampften 15 Flüssigkeiten zu erzeugen. Wenn der Ruß auf der Basis einer brennbaren Flüssigkeit erzeugt werden soll, ist die in Fig. 5 gezeigte Anordnung besonders vorteilhaft, da die Flamme 10 senkrecht steht und mit einem Dochtfeuer 30 erzeugt wird. Eine weitere Besonderheit besteht darin, dass durch 20 zwei rotierenden Walzen 31 zwei kühlende Oberflächen bereitgestellt werden. Erfindungsgemäß ist vorgesehen, dass der Abstand zwischen den Walzen, die Rotationsgeschwindigkeit der Walzen sowie die am Walzenspalt anliegende Druckdifferenz einstellbar sind, um 25 die Flamme zu einer dünnen Schicht auszuziehen und besonders schnell abzukühlen. Weiterhin sind Leitbleche 15 zum Einstellen der Grenzschicht und Leitbleche 20 zum Sammeln des Aerosols vorgesehen. Bei Bedarf können auch die Walzen 31 mit einer verdampfenden Flüssigkeit beschichtet 30 werden, beispielsweise durch eine Auftragswalze 33 die in ein entsprechendes Flüssigkeitsbad 34 eintaucht. Schließlich kann vorgesehen werden, die Walzen von innen zu

kühlen, beispielsweise durch Spülen mit einer Kühlflüssigkeit (hier nicht näher gezeigt).

In Fig. 6 ist eine weitere Variante dargestellt, bei der die kühlenden Oberflächen durch umlaufende Bänder 35, beispielsweise aus Metall oder einem saugfähigen Textil gebildet sind. Diese Variante ist besonders geeignet, wenn die kühlende Oberfläche befeuchtet oder in dem Flüssigkeitsbad 40 gereinigt werden soll.

10

Die übrigen Komponenten in der Ausführungsvariante gemäß Fig. 6 entsprechen denjenigen gemäß Fig. 5, so dass sie hier keiner weiterer Erläuterung bedürfen.

15 Schließlich zeigt die Fig. 7 eine Variante, bei der die aerosolfreien Grenzschichten 5 ohne bewegte Teile erzeugt werden. Die Grenzschicht wird in diesem Fall erfindungsgemäß durch die Permeation eines Gases durch eine poröse Oberfläche 50 erzeugt. Durch das Anlegen einer 20 Druckdifferenz zur Beschleunigung der Strömung im Spalt wird die Flamme 10 auf die Spaltmitte zentriert und es wird verhindert, dass sich Turbulenzen ausbilden können.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird eine Vorrichtung 25 gemäß Figur 8 eingesetzt. Diese Vorrichtung entspricht der in Figur 2 dargestellten Ausführungsvariante mit dem Unterschied, dass die kühlende Oberfläche in Form einer Metallocberfläche bereit gestellt wird, die von der Rückseite durch Wasser gekühlt wird. Ein weiteres 30 Unterscheidungsmerkmal ist die Richtung der Strömungsführung. In der in Figur 8 dargestellten Ausführungsvariante wird anstelle einer abwärts gerichteten

Strömung eine aufwärts gerichtete Strömung der Flamme und der Verbrennungsgase bevorzugt.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann auch mit dem in DE 103  
5 51 737.5 beschriebenen Aerosolverfahren kombiniert werden, um eine entsprechende Strukturabsenkung zu erzielen. Dabei wird eine Salzlösung, beispielsweise eine Kaliumsalzlösung, mit einem Gas in ein Aerosol überführt und anschließend in die Rußbildungszone eingebracht. Beispielsweise kann in der  
10 bevorzugten Ausführungsform gemäß Figur 8 das Aerosol in den Rußrohstoff vor dem Brenner eingemischt oder zusammen mit dem Rußrohstoff eingedüst werden.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein  
15 ungesichteter, unbehandelter Ruß, welcher dadurch gekennzeichnet ist, dass der pH-Wert kleiner gleich 6,0, vorzugsweise kleiner gleich 5,0; besonders bevorzugt kleiner gleich 4,0, ist, der Glührückstand kleiner gleich 0,1%, vorzugsweise kleiner gleich 0,05%, besonders bevorzugt kleiner gleich 0,02%, ist, und der 5 $\mu$ m-Siebrückstand kleiner gleich 200 ppm, vorzugsweise kleiner gleich 150 ppm, besonders bevorzugt kleiner gleich 100 ppm, ist.

Unter unbehandeltem Ruß wird ein Ruß verstanden, der nicht  
25 nachbehandelt ist, beispielsweise durch Nachoxidation oder chemische Oberflächenmodifizierung.

Unter ungesichtetem Ruß wird ein Ruß verstanden, der nicht mit Hilfe eines Luftstromes klassiert wird.

Der ungesichtete, unbehandelte Ruß kann ein Gasruß,  
30 Furnaceruß, Channelruß, Flammruß, Inversionsruß, bekannt aus DE 195 21 565, dotierter Ruß, Thermalruß, Acetylenruß, Lichtbogenruß oder Plasmaruß sein.

Der erfindungsgemäße Ruß kann eine Transmission größer gleich 95%, vorzugsweise größer gleich 97%, besonders bevorzugt größer gleich 98%, haben.

5 Der erfindungsgemäße Ruß kann einen Flüchtigengehalt bei 950°C von größer gleich 1,0%, vorzugsweise größer gleich 1,5%, besonders bevorzugt größer gleich 2,0%, haben.

Der erfindungsgemäße Ruß kann einen Ölbedarf von größer  
10 gleich 250ml/100g, vorzugsweise größer gleich 300ml/100g,  
besonders bevorzugt größer gleich 350ml/100g, haben.

Der erfindungsgemäße Ruß kann als Füllstoff,  
Verstärkerfüllstoff, UV-Stabilisator, Leitfähigkeitsruß  
15 oder Pigment verwendet werden.

Der erfindungsgemäße Ruß kann in Kautschuk, Kunststoff,  
Druckfarben, Tinten, Inkjet-Tinten, Tonern, Lacken, Farben,  
Papier, Bitumen, Beton und anderen Baustoffen eingesetzt  
werden. Der erfindungsgemäße Ruß kann als Reduktionsmittel  
20 in der Metallurgie angewendet werden.

Die erfindungsgemäßen Ruße haben die Vorteile, daß diese  
eine stabile Dispersion (niedriger pH-Wert) bilden und  
gleichzeitig eine hohe Reinheit (niedriger Aschegehalt und  
25 niedriger 5µm-Siebrückstand) aufweisen. Durch die hohe  
Reinheit ergeben sich wesentliche Vorteile in der  
Anwendung. Der niedrige Gehalt an löslichen Substanzen  
(niedriger Aschegehalt) ermöglicht die Herstellung sehr  
stabiler Dispersionen, zum Beispiel wässrige oder  
30 lösemittelhaltige Dispersionen für Lackanwendungen oder  
Tinten. Dies bietet Vorteile bei der Herstellung und  
Lagerung. Die hohe Stabilität derartiger Dispersionen  
ermöglicht eine Steigerung des Feststoffgehaltes, was

wiederum zahlreiche Vorteile mit sich bringt, wie beispielsweise reduzierte Herstell- und Transportkosten. Desweiteren zeichnen sich derartige Dispersionen durch eine längere Lagerstabilität aus.

- 5 Der niedrige Gehalt an nichtlöslichen partikulären Substanzen ermöglicht die Herstellung von Stippen-armen Folien und Lackierungen. Desweiteren wird die Abrasion von Druckplatten, beispielsweise beim Zeitungsdruck, reduziert, wodurch die Schärfe des Druckbildes länger erhalten bleibt.
- 10 Auch ergeben sich längere Standzeiten von Filtern und Strainer-Sieben, beispielsweise bei der Herstellung von Tintenformulierungen und Kunststoff-Masterbatchen.

## 15 Beispiele

### Bestimmungsmethoden

#### pH-Wert

- 20 Die Bestimmung des pH-Wertes wird nach DIN EN ISO 787-9 durchgeführt.

#### Glührückstand

- 25 Die Bestimmung des Glührückstandes wird nach DIN 53586 (bzw. ISO 1125) durchgeführt.

#### 5µm-Siebrückstand

- 30 Die Bestimmung des 5µm-Siebrückstandes dient der Bestimmung des Gehalts an „grobteiligen“, wasserunlöslichen Verunreinigungen, wie beispielsweise Koks, keramische Bestandteile, Metall oder Metalloxide, im Größenbereich unterhalb von 45 µm. Sie wird mittels einer kommerziell erhältlichen Siebapparatur unter Verwendung eines Siebes

mit einer Maschenweite von 0,005 mm entsprechend der folgenden Vorschrift durchgeführt:

Geräte:

Siebapparatur (Fa. Topas GmbH, Dresden) bestehend aus:

- 5 Elektromagnetischer Sieberreger (EMS 755)
- Ultraschall Desintegrator (UDS 751)
- Feinstkornprüfsieb (5µm, fakultativ: 10µm, 15µm, 20µm, 25µm, 30µm)
- Spezial-Stativ incl. rutschfeste Stativplatte
- 10 Analysenwaage (Genauigkeit 0,1mg)
- Spatel
- Propellerrührer
- Ultraschallbad
- 1 l-Becherglas zum Ansetzen der Netzmittellösung
- 15 250 ml-Becherglas zum Ansetzen der Dispersion
- 1 l-Becherglas zum Auffangen des Filtrats
- Trockenschränke, eingestellt auf 80°C
- Netzmittel Hydropalat 3065, Artikel-Nr. 582930 888 (Fa. Henkel KGaA)

20 Prüfen der Siebe:

Das einzusetzende Feinstkornprüfsieb wird vor jeder Benutzung unter dem Lichtmikroskop auf Schäden hin untersucht.

Probenvorbereitung:

- 25 Die Proben werden 1 Stunde im Trockenschränke getrocknet und anschließend 30 min. im Exsikator abgekühlt. Bei frischen Proben entfällt die Trocknung, und die Proben können direkt untersucht werden.

Durchführung der Analyse:

30 Herstellen der Netzmittellösung:

Zum Herstellen der 10%igen Netzmittellösung werden 100g Hydropalat (w=65%) in einem 1l-Becherglas abgewogen und bis auf 650 ml mit destilliertem Wasser aufgefüllt. Die Lösung

wird bei angemessener Geschwindigkeit (kein Einröhren von Luft) 5 min. gerührt. Anschließend wird die Lösung filtriert.

Herstellen der Dispersion:

- 5 100-150 ml 10%ige Netzmittellösung werden in ein 250 ml Becherglas überführt. In die Lösung werden unter angemessenem Rühren ca. 15g Ruß zudosiert. Die Rußeinwaage wird auf einer Analysenwaage genau bestimmt und notiert. Die Lösung wird nun 5 min. weiter gerührt. Nach dem Rühren
- 10 werden am Rührer anhaftende Rückstände mittels dest. Wasser in die Lösung gespült. Anschließend kommt das Becherglas für 5 min. ins Ultraschallbad. Abschließend wird die Lösung noch weitere 2 min. mittels UDS 751 behandelt.

Durchführung der Siebung:

- 15 Das ausgewogene Feinstkornsieb (Genauigkeit: 0,1 mg) wird in den EMS 755 eingespannt, wobei auf festen Sitz des Siebes zu achten ist. Der UDS 751 wird in der Mitte des Siebes platziert und befestigt. Der Abstand zum Siebboden (ca. 5 mm) wird mittels Distanzstück bei jeder Messung
- 20 konstant gehalten.

Der EMS wird auf Stufe 4,5 eingestellt und eingeschaltet.

Der UDS wird auf die mittlere Stufe eingestellt und ebenfalls eingeschaltet.

- Nun wird die Rußdispersion langsam in das Sieb gefüllt. Der
- 25 Abstand zum oberen Siebrand sollte nicht kleiner als 3 mm werden. Der Füllstand ist während der Analyse möglichst konstant zu halten.

- Ist die komplette Rußdispersion überführt, wird das Becherglas mit kleinen Mengen dest. Wasser gespült und über
- 30 das Sieb gegeben. Dies wird solange wiederholt, bis das Becherglas sauber ist.

Von jetzt an wird das Sieb solange mit kleinen Mengen destilliertem Wasser gespült, bis das ablaufende Filtrat klar ist.

Das Sieb wird nun in ein 600 ml Becherglas gegeben. Das

5 Becherglas wird ca. 1 cm mit destilliertem Wasser gefüllt und für 2 min. ins Ultraschallbad gegeben.

Anschließend wird das Sieb noch einmal kurz in den EMS eingespannt und ein letztes Mal klar gespült.

Das Sieb wird nun im Trockenschrank bei 80°C eine halbe  
10 Stunde getrocknet, anschließend im Exsikkator abgekühlt und auf der Analysenwaage ausgewogen.

**Auswertung:**

Der Siebrückstand wird wie folgt berechnet:

15

$$\text{Siebrückstand [ppm]} = \frac{m_R - m_L}{E} * 10^6$$

$m_R$  - Masse Sieb mit Rückstand [g]

20  $m_L$  - Masse Sieb leer [g]

E - Einwaage [g]

Transmission

Die Bestimmung der Transmission wird nach der Norm ASTM D  
25 1618, die Bestimmung der Toluol-Verfärbung, durchgeführt.

Primärteilchengröße

Die Bestimmung der mittleren Primärteilchengröße und die Standardabweichung der Primärteilchengrößenverteilung  
30 werden mit Hilfe von Transmissionselektronenmikroskop-Aufnahmen, die auf transparentem Film nachvergrößert werden, durch Messen und Auszählen von mindestens 2000 Primärrußteilchen und Berechnung des arithmetischen Mittelwertes und der Standardabweichung bestimmt. Der  
35 halbautomatische Teilchengrößenanalysator TGZ 3 von der Firma Carl Zeiss nach Endter und Gebauer [F. Endter und H.

Gebauer, Optik, 13, 97 (1956)] erleichtert hierbei die Auszählarbeit.

Flüchtigen Anteile

5 Die Bestimmung der flüchtigen Anteile bei 950°C wird nach DIN 53552 durchgeführt.

Ölbedarf

Die Bestimmung des Ölbedarfs (Fließpunktmethode) wird nach 10 DIN EN ISO 787-5 durchgeführt.

BET-Oberfläche

Die Bestimmung der BET-Oberfläche wird nach DIN 66131-2 (bzw. ISO 4652) durchgeführt.

15

Schwarzzahl My

Die Bestimmung der Schwarzzahl My von Pulverpigmentrußen wird nach DIN 55979 durchgeführt.

20

STSA-Oberfläche

Die Bestimmung der STSA-Oberfläche wird nach ASTM Vorschrift D-5816-99 durchgeführt.

Aggregatgrößenverteilung:

25 Zur Messung der Aggregatgrößenverteilungskurven wird eine Scheibenzentrifuge BI-DCP mit Rotlicht-Diode der Firma Brookhaven verwendet. Dieses Gerät wird speziell für die Bestimmung von Aggregatgrößenverteilungskurven von feinteiligen Feststoffen aus Extinktionsmessungen entwickelt und ist mit einem automatischen Meß- und Auswertungsprogramm zur Ermittlung der Aggregatgrößenverteilung ausgerüstet.

Zur Durchführung der Messungen wird zunächst eine Dispersionslösung aus 200 ml Ethanol, 5 Tropfen Ammoniaklösung und 0,5 g Triton X-100 und Auffüllen mit demineralisiertem Wasser auf 1000 ml hergestellt. Weiterhin 5 wird eine Spinflüssigkeit aus 0,5 g Triton X-100, 5 Tropfen Ammoniaklösung und Auffüllen mit demineralisiertem Wasser auf 1000 ml angefertigt.

Danach werden 20 mg Ruß mit 20 ml Dispersionslösung versetzt und in einem Kühlbad für die Dauer von 4,5 Minuten 10 mit 100 Watt Ultraschalleistung (80% Pulse) in der Lösung suspendiert.

Vor Beginn der eigentlichen Messungen wird die Zentrifuge 30 Minuten bei einer Drehzahl von  $11000 \text{ min}^{-1}$  betrieben. In die sich drehende Scheibe wird 1 ml Ethanol eingespritzt 15 und danach vorsichtig mit 15 ml Spinflüssigkeit unterschichtet. Nach etwa einer Minute werden 250  $\mu\text{l}$  der Rußsuspension eingespritzt und das Meßprogramm des Gerätes gestartet und die Spinflüssigkeit in der Zentrifuge mit 50  $\mu\text{l}$  Dodecan überschichtet. Von jeder zu messenden Probe wird 20 eine Doppelbestimmung vorgenommen.

Die Auswertung der Rohdatenkurve erfolgt dann mit dem Rechenprogramm des Gerätes unter Berücksichtigung der Streulichtkorrektur und mit automatischer Basislinien-Anpassung.

25 Der  $\Delta D_{50}$ -Wert ist die Breite der Aggregatgrößenverteilungskurve bei der halben Peakhöhe. Der  $D_w$ -Wert ist der volumengewichtete Mittelwert der Aggregatgrößenverteilung. Der  $D_{\text{mode}}$ -Wert (Modalwert) ist die Aggregatgröße mit der größten Häufigkeit (Peakmaximum der 30 Aggregatgrößenverteilungskurve).

Beispiel 1-4:

In einer Vorrichtung gemäß Figur 8 werden die erfindungsgemäßen Ruße mit den in der Tabelle 1 angegebenen Einstellungen hergestellt. Als Brennstoff wird Acetylen verwendet. Dieser kann wahlweise mit Luft oder reinem

- 5 Sauerstoff vorgemischt werden. Ein statischer Mischer sorgt für eine ausreichende Vermischung der beiden Gase vor Eintritt in die Brennerdüse. Die verwendete Brennerdüse besteht aus drei rechteckförmigen Schlitzen die in einem Abstand von 10 mm voneinander angeordnet sind. Die
- 10 Schlitzbreite beträgt 0,1mm und die Schlitzlänge 10mm, sodass sich eine Düsenquerschnittsfläche von insgesamt 3 mm<sup>2</sup> ergibt. Die Brennerdüse ist in Figur 9 als Aufsicht skizziert. Die resultierende Flamme wird schließlich durch Anlegen eines Unterdrucks in den eigentlichen Kühlspalt
- 15 gesogen und gequencht. Der Fuß wird anschließend von den Abgasen abgetrennt und analysiert.

Tabelle 1

	Beispiel 1	Beispiel 2	Beispiel 3	Beispiel 4
Flammenvor- mischung	Acetylen/ -	Acetylen/ Luft	Acetylen/ Sauerstoff	Acetylen/ Sauerstoff
Norm- volumenströme [L/h]	74/-	74/52	74/31	74/37
Breite und Länge des Kühlspalts [mm]	1/140	1/140	1/140	1/140
Kühlende Oberfläche im Spalt [mm <sup>2</sup> ]	2820	2820	2820	2820
Druck- differenz am Kühlspalt [mbar]	11	3	2,5	1,6
Abstand Brennerdüse- Kühlspalt [mm]	100	80	80	60

In Tabelle 2 sind die analytischen Werte der erfindungsgemäßen Ruße aufgeführt. Zusätzlich sind die 5 analytischen Werte von Vergleichsrüßen aufgeführt. Die Vergleichsrüsse werden nach dem in DE-OS 2404536 beschriebenen Degussa-Gasrußverfahren hergestellt, aber im Gegensatz zu den Handelsprodukten nicht gesichtet.

Tabelle 2

	Bei-spiel 1	Bei-spiel 2	Bei-spiel 3	Bei-spiel 4	Ver-gleichs-ruß 1: unge-sichteter FW 1	Ver-gleichs-ruß 2: unge-sichtet S 160
pH-Wert	3,3	3,6	3,9	3,8	4,2	3,8
Glührückstand [%]	0,01	0,02	0,01	0,01	0,02	0,02
5µm-Siebrückstand [ppm]	11	85	72	33	290	370
Schwarzzahl My	239	259	265	283	273	263
Transmission [%]	99	99	98	99	99	100
Mittlere Primär-teilchengröße [nm]	34	21	17	13	15	20
Standardabweichung der Primärteilchengröße [-]	0,23	0,42	0,24	0,14	0,14	0,22
Mittlere Aggregatgröße, volumen-gewichtet [nm]	107	64	59	49	52	66
Modalwert der Aggregatgrößenverteilung, volumen-gewichtet [nm]	100	50	45	43	46	55
Delta D50/Mode [-]	0,75	0,84	0,63	0,61	0,61	0,68
Flüchtige bei 950°C [%]	2,5	4,7	4,6	7,6	4,8	4,3
Ölbedarf [g/100g]	391	409	670	837	840	620
STSA-Oberfläche [m <sup>2</sup> /g]	63	131	244	230		
BET Oberfläche [m <sup>2</sup> /g]	73	156	317	270	260	150

Die erfundungsgemäßen Ruße zeigen gegenüber den Vergleichsrußen einen deutlich geringeren 5µm-Siebrückstand. Dieser niedrige Gehalt an nichtlöslichen partikulären Substanzen ermöglicht die Herstellung von Stippen-armen Folien und Lackierungen.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Ruß oder anderen Flammenaerosolen,

5

gekennzeichnet durch folgende Schritte:

a) Entzug der Wärme aus der Flamme durch Wärmeleitung und/oder -strahlung, wobei die Wärme an eine feste, kalte Oberfläche oder eine Flüssigkeitsoberfläche abgegeben wird,

f) Ausbildung einer dünnen Gasgrenzschicht, beispielsweise aus Luft, zwischen der Flamme und der kühlenden Oberfläche, um die Ablagerung von Aerosolteilchen auf der Oberfläche zu verhindern,

g) Beschleunigung bzw. Dehnung der von der Flamme und der Grenzschicht gebildeten Strömung, um die Strömung laminar zu halten und eine möglichst dünne Grenzschicht zu erreichen,

h) Ableitung des gebildeten Aerosols aus der Nähe der kalten Oberfläche und

25

i) Reinigung der kühlenden Oberfläche.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Grenzschicht durch Zuführen einer Gasströmung zwischen die Flamme und die kühlende Oberfläche erzeugt wird.

30

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Grenzschicht mittels einer Bewegung der kühlenden Oberfläche in den Bereich der Flamme geführt wird.

5

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Grenzschicht mittels eines Leitbleches zwischen die Flamme und die kühlende Oberfläche eingeführt wird.

10

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Grenzschicht durch eine Durchströmung der Öffnungen oder Poren besitzenden kühlenden Oberfläche mit einem Gas oder Dampf erzeugt wird.

15

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Grenzschicht durch die Verdampfung einer Flüssigkeit auf der kühlenden Oberfläche erzeugt wird.

20

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Flamme zwischen zwei kühlenden Oberflächen mit zwei Grenzschichten geführt wird.

25

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Flamme in einem konvergenten Spalt oder einem konvergenten Kanal mit kühlenden Oberflächen und mit Grenzschichten abgekühlt wird.

30

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Flamme in einem konvergenten

Spalt zwischen zwei sich drehenden Walzen mit kühlenden Oberflächen und mit Grenzschichten abgekühlt wird.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die das Aerosol enthaltende Strömungsschicht von der kühlenden Oberfläche durch eine mit einem Gas durchströmte Düse entfernt wird .

11. Verfahren oder Vorrichtung nach einem der Ansprüche 7 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Strömungsgeschwindigkeit in der engsten Stelle des konvergenten Spalts wesentlich höher gewählt wird als die Austrittsgeschwindigkeit der Flamme aus dem Brenner.

15 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Strömungsgeschwindigkeit in der engsten Stelle des konvergenten Spalts über die am Spalt anliegende Druckdifferenz gemessen und geregelt wird .

20 25 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die kühlende Oberfläche eine Metallocberfläche ist, die von der Rückseite durch Wasser gekühlt wird.

30 14. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 13, gekennzeichnet durch eine Flammerzeugungseinrichtung und eine kühlende Oberfläche, gegen die die erzeugte Flamme richtbar ist, sowie Einrichtungen zur Erzeugung einer gasförmigen Grenzschicht zwischen Oberfläche und Flamme.

15. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet,  
dass ein Leitblech zwischen der Flamme und der  
kühlenden Oberfläche angeordnet ist.

5 16. Vorrichtung nach Anspruch 14 oder 15, dadurch  
gekennzeichnet, dass die kühlende Oberfläche Öffnungen  
oder Poren besitzt, durch die kühlendes Gas durchtreten  
kann.

10 17. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche,  
dadurch gekennzeichnet, dass die kühlende Oberfläche  
durch zwei sich drehende Walzen gebildet ist.

15 18. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche,  
dadurch gekennzeichnet, dass die kühlenden Oberflächen  
des konvergenten Spaltes aus jeweils einem umlaufenden  
Band, das im Bereich des Spaltes über eine Walze  
geführt wird und das außerdem ein Flüssigkeitsbad zur  
Reinigung und Kühlung durchläuft, bestehen.

20 19. Vorrichtung nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet,  
dass das Band porös ist, wobei es beispielsweise aus  
einem Textil besteht, und mit Flüssigkeit getränkt ist.

25 20. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche,  
dadurch gekennzeichnet, dass die Spaltweite in der  
engsten Stelle des konvergenten Spalts im Bereich von  
0,5 bis 10 mm einstellbar ist.

21. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche,  
dadurch gekennzeichnet, dass der Abstand zwischen dem  
Fußpunkt der Flamme und der kühlenden Oberfläche  
einstellbar ist.  
30

22. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Abstand zwischen dem Fußpunkt der Flamme und der engsten Stelle des konvergenten Spalts einstellbar ist.

5

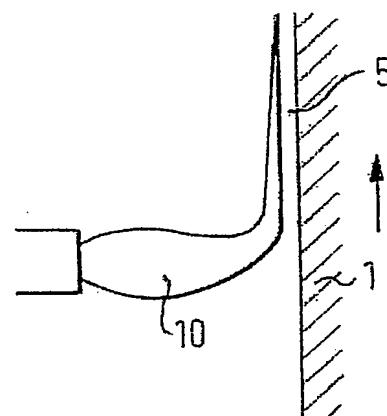
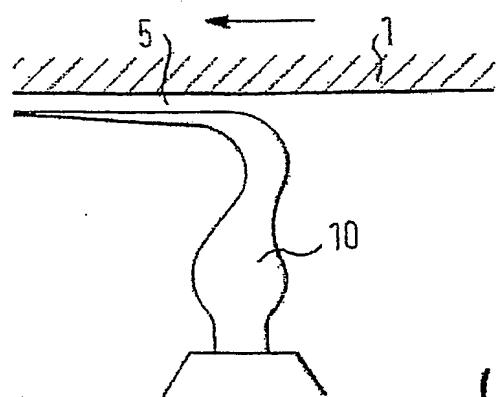
23. Ungesichteter, unbehandelter Ruß, dadurch gekennzeichnet, dass der pH-Wert kleiner gleich 6,0, der Glührückstand kleiner gleich 0,1% und der 5 $\mu$ m-Siebrückstand kleiner gleich 200 ppm ist.

10

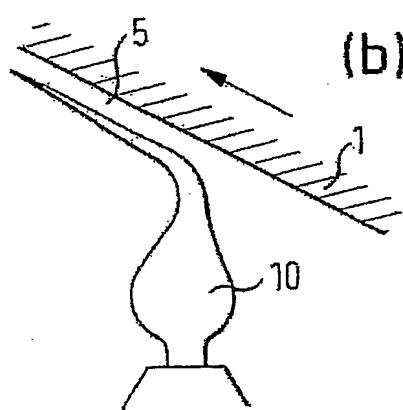
24. Verwendung des Rußes gemäß Anspruch 23 in Kautschuk, Kunststoff, Druckfarben, Tinten, Inkjet-Tinten, Tonern, Lacken, Farben, Papier, Bitumen, Beton und anderen Baustoffen.

1/18

FIG. 1



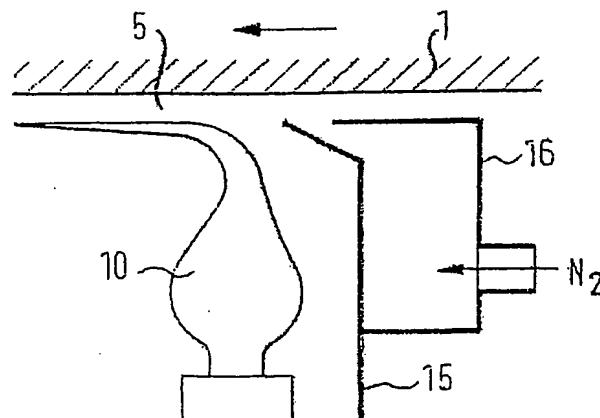
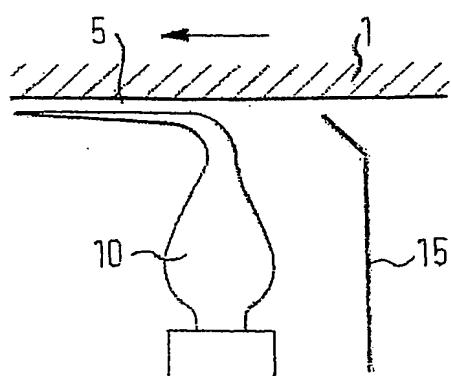
(a)



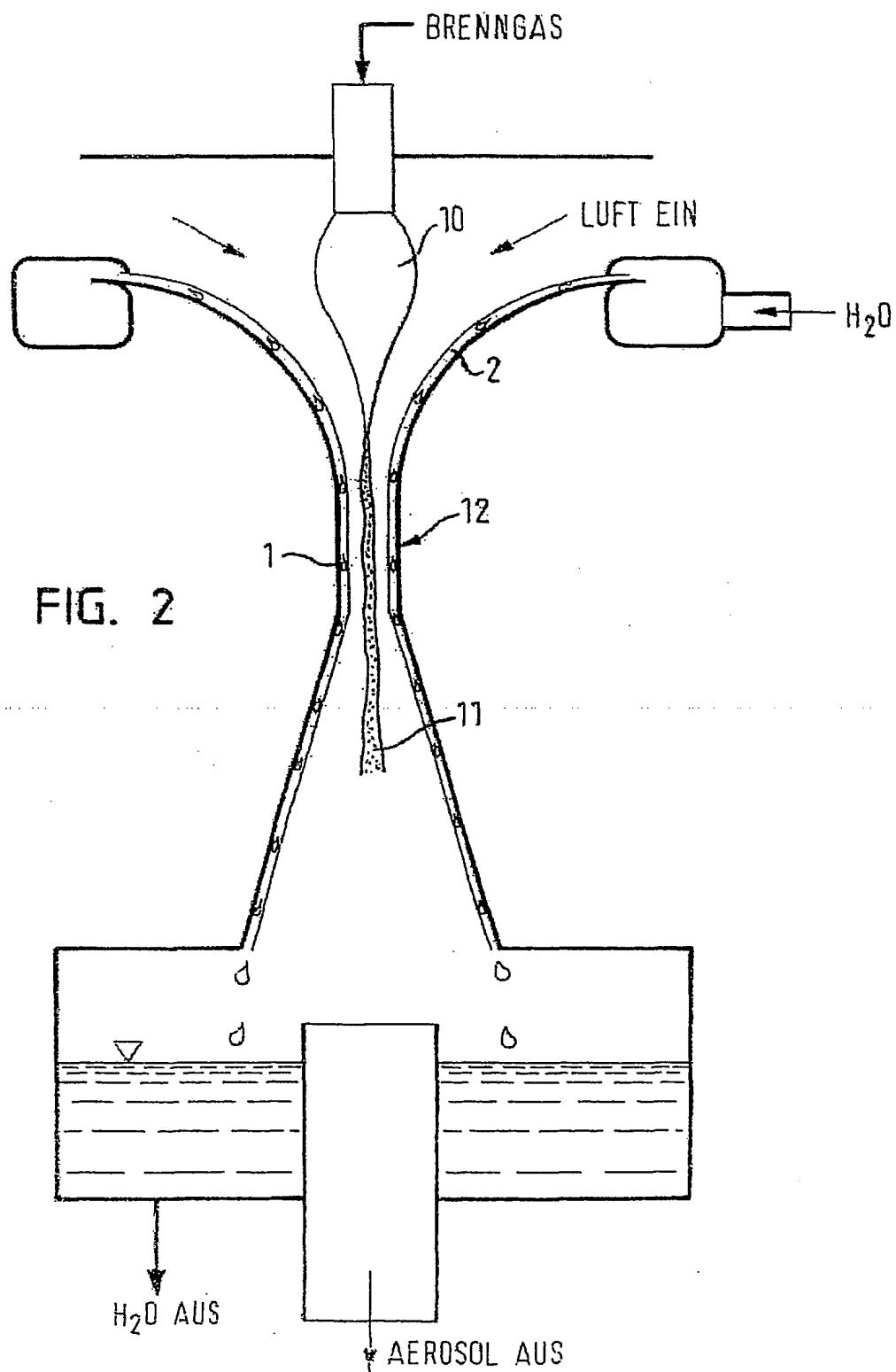
(b)

(c)

(d)



2 / 8



3 / 8

FIG. 3

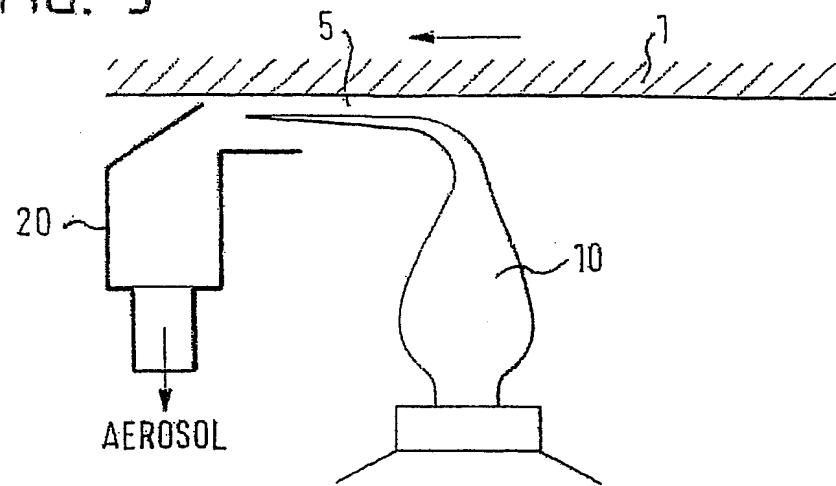
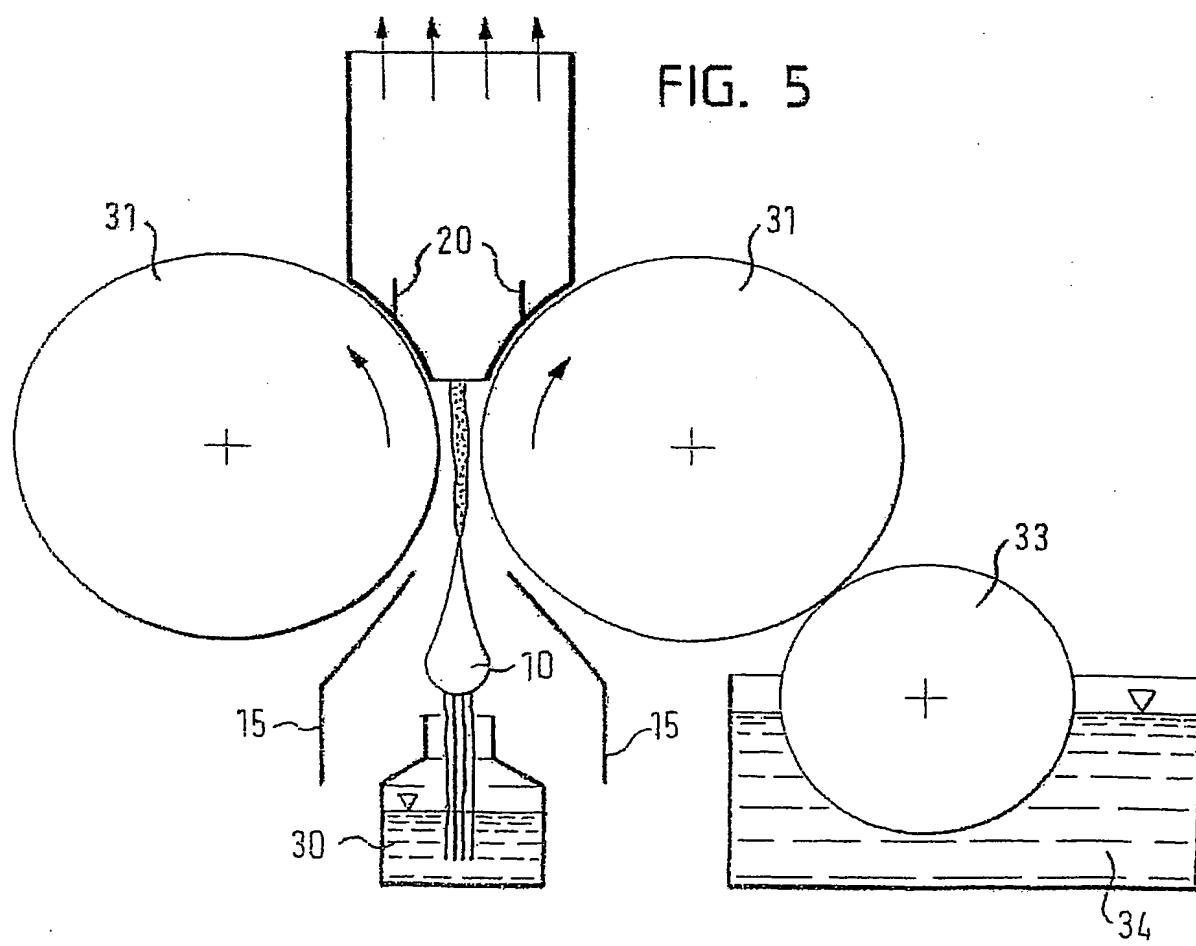
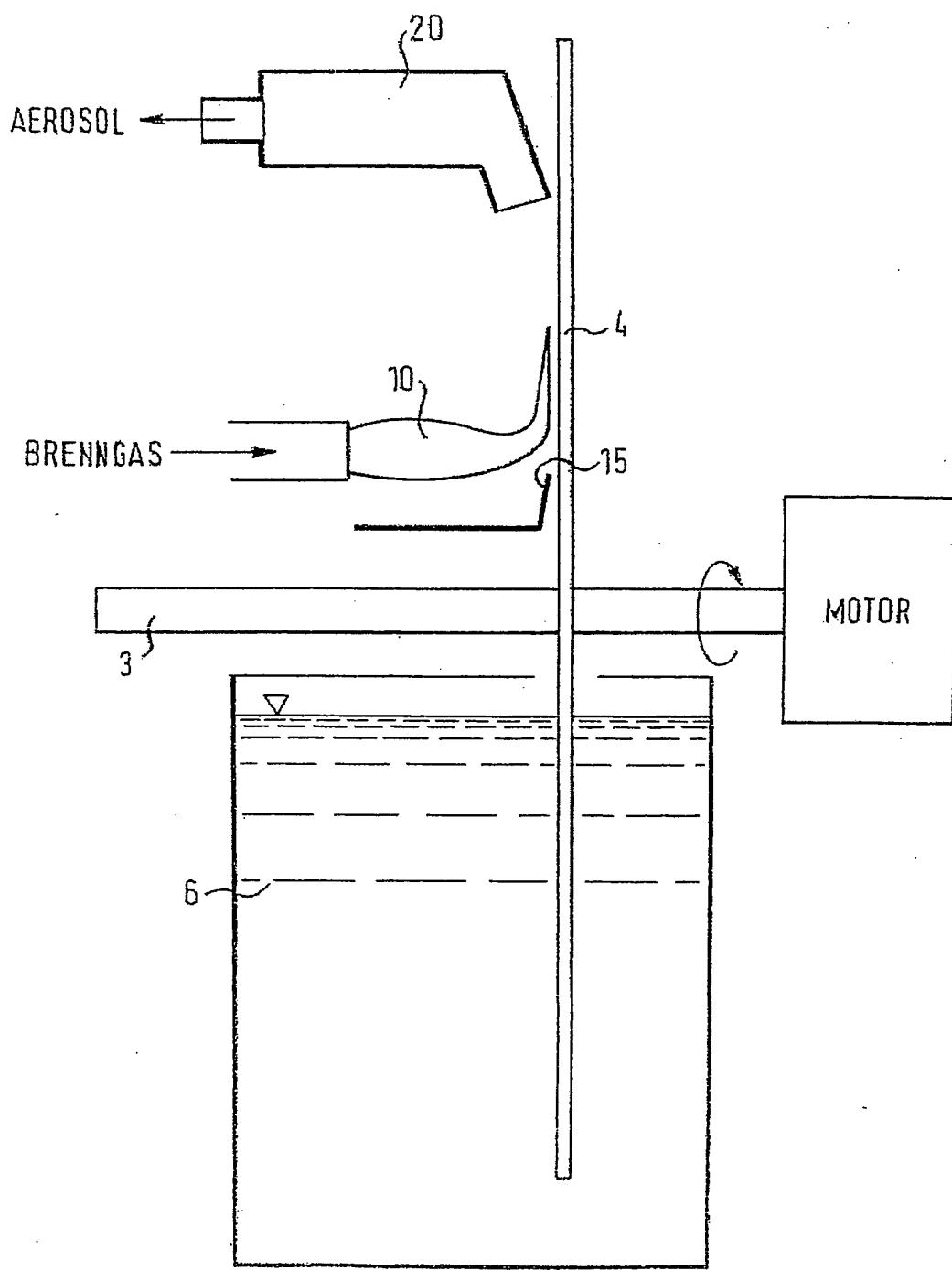


FIG. 5



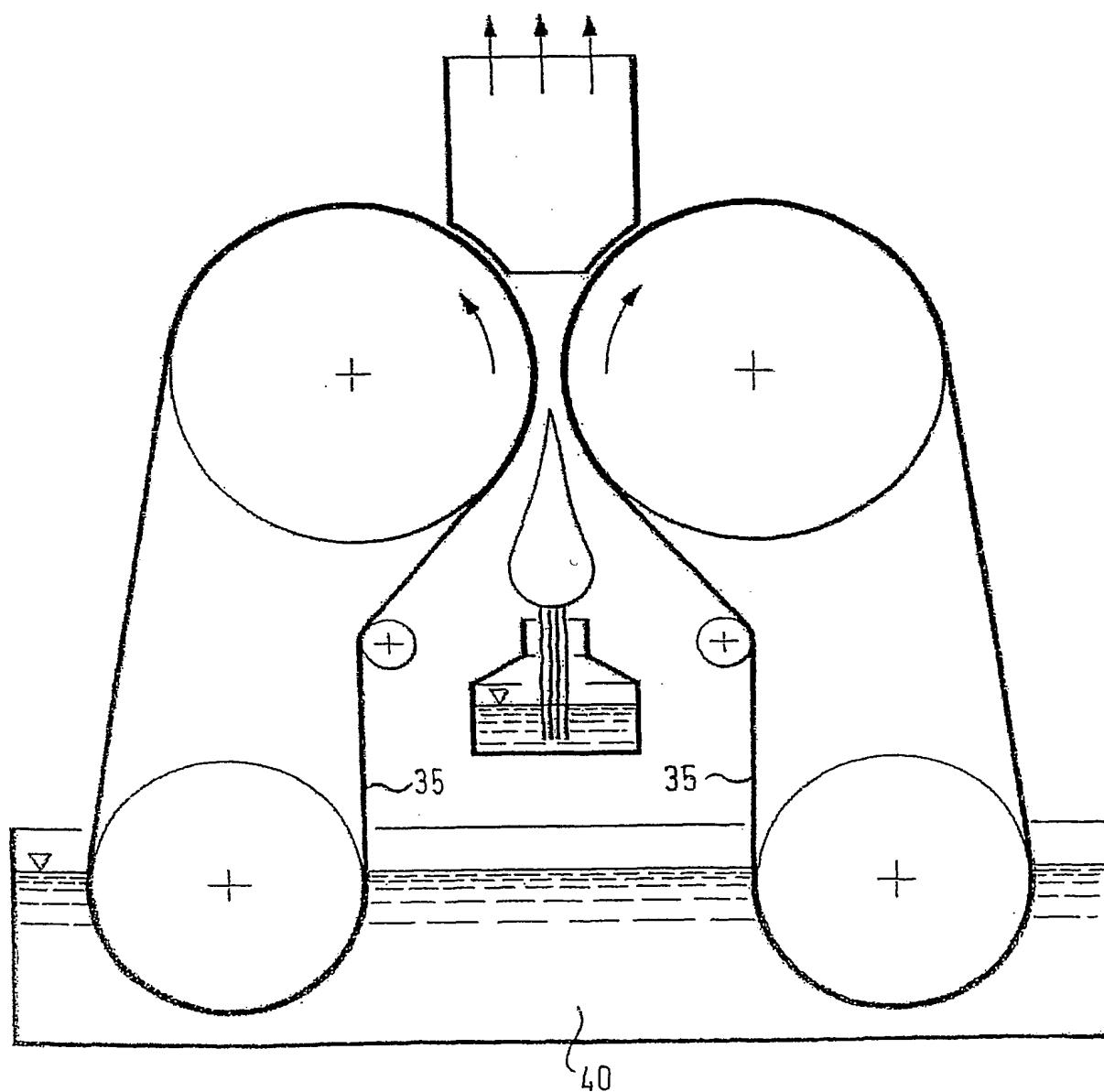
4/8

FIG. 4



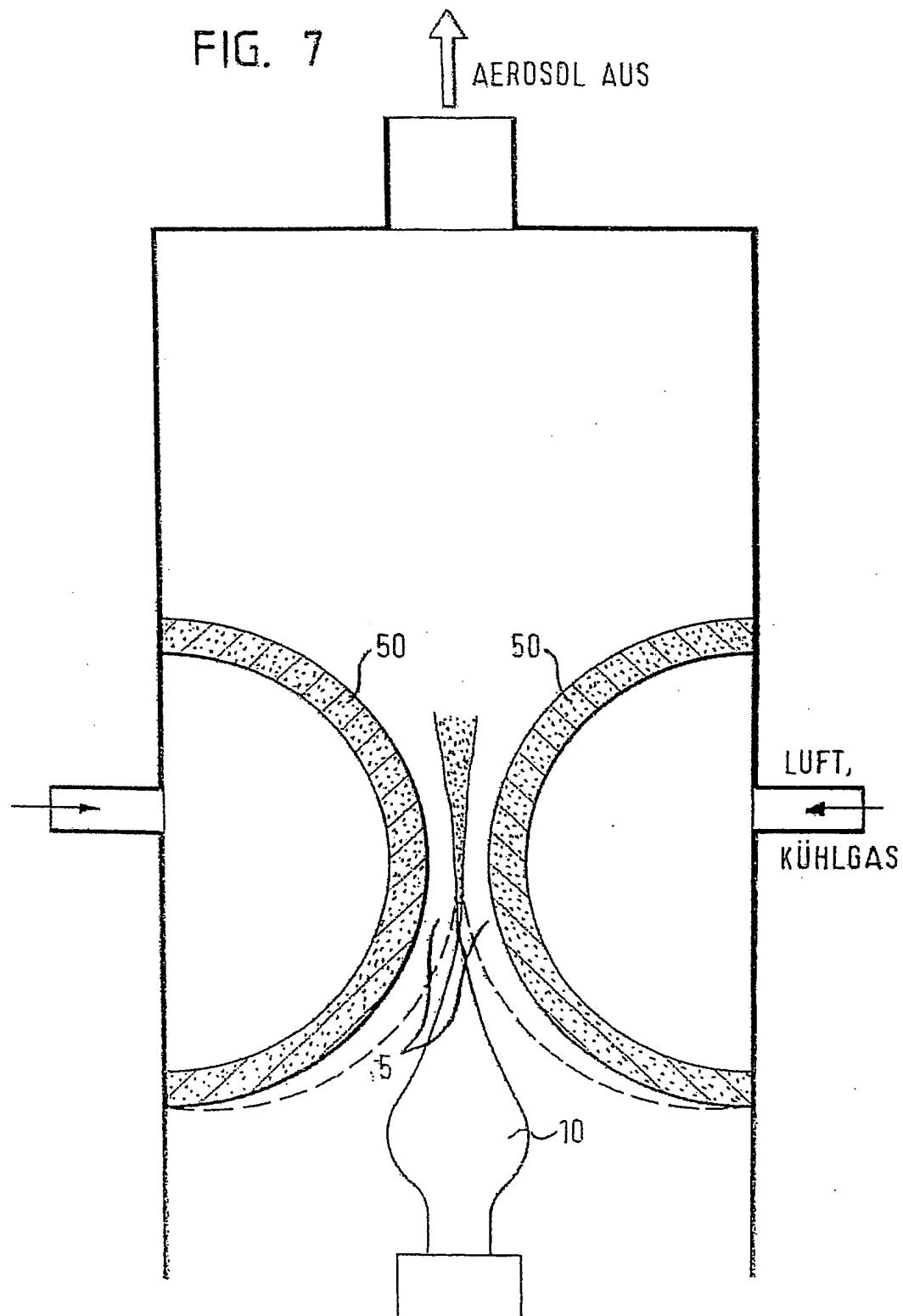
5 / 18

FIG. 6



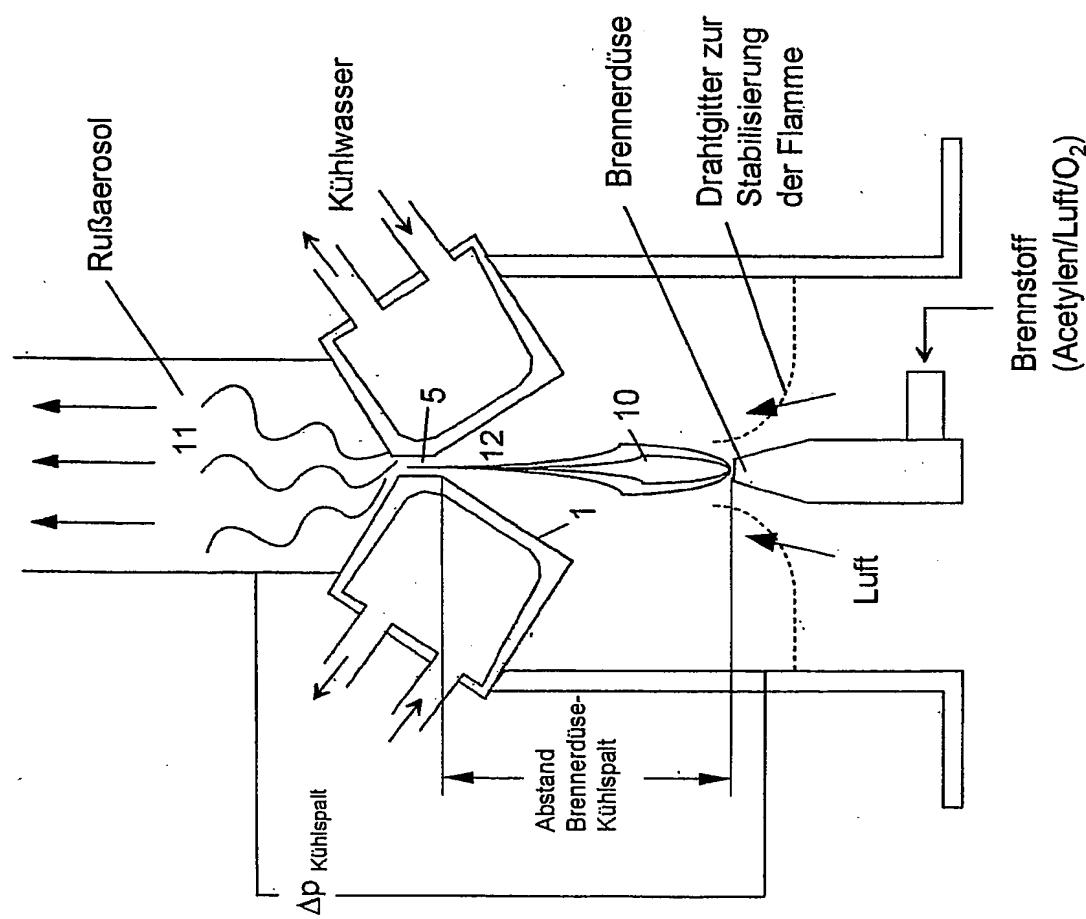
6 / 18

FIG. 7



7/8

Fig. 8



8/8

Fig. 9

